

51

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

52

Int. Cl.:

09b 25-00  
C 07 d, 33/34

Deutsche Kl.:

28a  
11 p, 25-00

10

11

21

22

43

# Offenlegungsschrift 1 770 960

Aktenzeichen: P 17 70 960.3

Anmeldetag: 24. Juli 1968

Offenlegungstag: 13. Januar 1972

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung:

Gelbe Farbstoffe der Phthalimidochinophthalonreihe

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder:

Badische Anilin- & Soda-Fabrik AG, 6700 Ludwigshafen

Vertreter gem. § 16 PatG: —

72

Als Erfinder benannt:

Dehnert, Johannes, Dr., 6700 Ludwigshafen

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): 10. 3. 1970  
vgl. Ber. - L. 51/77

DT 1 770 960

ORIGINAL INSPECTED

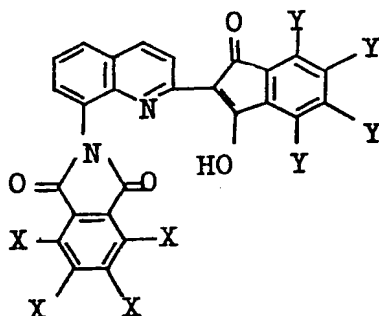
12. 71 109 883/1760

3.90

Unsere Zeichen: O.Z. 25 696 Hee/sb  
6700 Ludwigshafen, den 23. Juli 1968

Gelbe Farbstoffe der Phthalimidochinophthalonreihe

Diese Erfindung betrifft neue gelbe Farbstoffe der Phthalimido-chinophthalonreihe. Diese Farbstoffe haben die allgemeine Formel



in der X und Y ein Chlor- oder Bromatom bedeuten.

Diese Chinophthalonderivate sind gelbe Farbstoffe, die sich wegen ihrer Unlöslichkeit in Wasser und organischen Lösungsmitteln, wegen ihrer ausgezeichneten Lichtechtheit und ihrer außergewöhnlichen Temperaturbeständigkeit hervorragend als Pigmentfarbstoffe eignen.

Man kann die neuen Farbstoffe beispielsweise dadurch herstellen, daß man 8-Aminochinaldin mit der doppelt molaren Menge Tetrachlorphthalsäureanhydrid oder Tetrabromphthalsäureanhydrid oder gleichzeitig oder nacheinander in beliebiger Reihenfolge mit

387/68

molaren Mengen an Tetrachlorphthalsäureanhydrid und Tetrabromphthalsäureanhydrid, vorzugsweise in Gegenwart von Lösungs- oder Verdünnungsmitteln, die unter den Umsetzungsbedingungen mit den Ausgangsstoffen nicht reagieren, und vorzugsweise in Gegenwart von Zinkchlorid, auf Temperaturen von 130 bis 300°C erhitzt.

Da die Aminogruppe des 8-Aminochinaldins bevorzugt reagiert, kann man durch die sukzessive Umsetzung mit den beiden Tetrahalogenphthalsäureanhydriden auch die beiden Farbstoffe mit einer Tetrachlorphthaloyl- und einer Tetrabromphthaloylgruppe herstellen.

Als Lösungs- oder Verdünnungsmittel, die mit den Ausgangsstoffen unter den Bedingungen der Umsetzung nicht reagieren, kommen z.B. ortho-Dichlorbenzol, 1,2,4-Trichlorbenzol, Diphenyläther, Diphenyl oder Gemische dieser Stoffe in Betracht.

Bei der Herstellung der neuen Farbstoffe verfährt man beispielsweise so, daß man das 8-Aminochinaldin mit dem Tetrahalogenphthalsäureanhydrid auf Temperaturen zwischen 130 und 300°C, vorzugsweise 150 bis 250°C, erhitzt. Dabei ist es vorteilhaft, wenn man die Umsetzung in Gegenwart eines der genannten Lösungs- bzw. Verdünnungsmittel vornimmt. Ein Zusatz von wasserfreiem Zinkchlorid hat sich als zweckmäßig erwiesen, da er die Umsetzung erleichtert oder beschleunigt. Man verwendet an Zinkchlorid zweckmäßig 5 bis 50% der Gewichtsmenge von 8-Aminochinaldin. Bei Temperaturen um 200°C ist die Umsetzung nach etwa 2 bis 3 Stunden beendet.

Man arbeitet die Umsetzungsgemische z.B. dadurch auf, daß man die Farbstoffe abfiltriert und mit Lösungsmitteln, wie Dimethylformamid, N-Methylpyrrolidon und Äthanol, wäscht.

Es kann auch zweckmäßig sein, diese Lösungsmittel dem Umsetzungsgemisch vor dem Abkühlen und der Aufarbeitung zuzugeben. Man erhält die Farbstoffe hierbei in besonders reiner Form. Die so erhältlichen Farbstoffe können gegebenenfalls auch noch durch Umfällen aus konzentrierter Schwefelsäure und/oder nach anderen Finishverfahren der Pigmenttechnik in die gewünschte Pigmentform übergeführt werden.

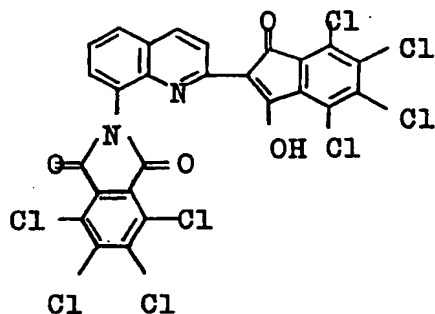
Die neuen Farbstoffe besitzen hohe Echtheitseigenschaften, von denen insbesondere die hervorragende Lichtechtheit, die hohe Temperaturstabilität und die ausgezeichnete Lösungsmittel-echtheit hervorzuheben sind. Aufgrund dieser vorteilhaften Eigenschaften sind die neuen Farbstoffe als Pigmentfarbstoffe z.B. für die Herstellung von Lacken und Druckfarben sowie für die Spinn- und Massefärbung thermoplastischer Kunststoffe, wie Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyamid, Polyester, Polyacrylnitril, Triacetat und Acetat sehr gut geeignet.

Die in den Beispielen genannten Teile und Prozente sind Gewichtseinheiten. Raumteile verhalten sich zu Gewichtsteilen wie das Liter zum Kilogramm.

#### Beispiel 1

Man erhitzt eine Mischung aus 158 Teilen 8-Aminochinaldin,

858 Teilen Tetrachlorphthalsäureanhydrid, 40 Teilen wasserfreiem Zinkchlorid und 2000 Raumteilen Trichlorbenzol 3 Stunden unter Sieden der Mischung, wobei Wasserdampf durch einen kurzen Luftkühler entweichen kann. Die Siedetemperatur liegt zum Schluß bei 220°C. Dann gibt man 500 Raumteile Dimethylformamid zu und rührt eine Stunde unter Rückflußkühlung bei etwa 175°C. Man saugt heiß bei 150 bis 160°C ab und wäscht das gelbe Reaktionsprodukt mit 1000 Raumteilen Dimethylformamid und zum Schluß mit Äthanol. Man erhält nach dem Trocknen den gelben Farbstoff der Formel

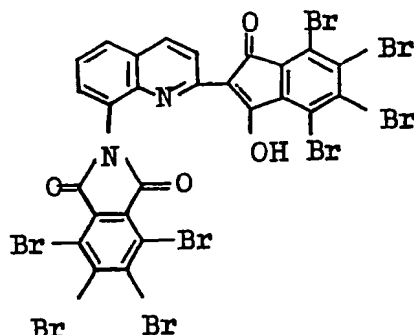


der ein hoch licht-, lösungsmittel- und temperaturbeständiges Gelbpigment darstellt.

#### Beispiel 2

8 Teile 8-Aminochinaldin und 58 Teile Tetrabromphthalsäureanhydrid werden zusammen mit 2 Teilen wasserfreiem Zinkchlorid und 200 Raumteilen Trichlorbenzol unter Rühren 2 Stunden auf 200 bis 205°C erhitzt. Nach der Zugabe von 100 Raumteilen Dimethylformamid wird bei 120°C abgesaugt und das gelbe Nutschgut mit Dimethylformamid und dann mit Alkohol gewaschen. Der nach dem

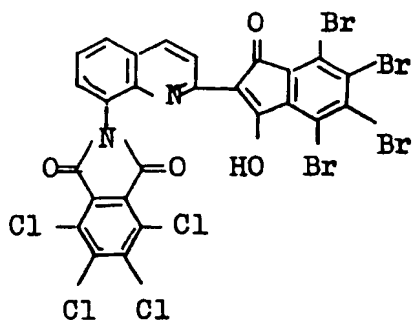
Trocknen als gelbes Pulver vorliegende Farbstoff der Formel



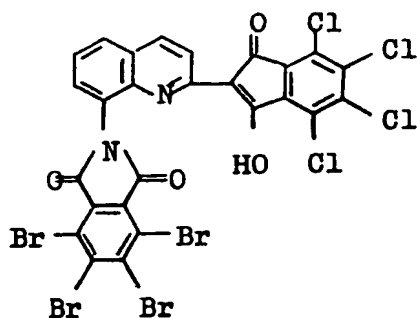
ist ein hoch licht-, lösungsmittel- und temperaturbeständiges Gelbpigment.

### Beispiel 3

Eine Mischung aus 16 Teilen 8-Aminochinaldin, 30 Teilen Tetrachlorphthalsäureanhydrid und 200 Raumteilen Trichlorbenzol wird 6 Stunden bei 140°C gerührt, wobei man das gebildete Wasser als Dampf aus dem Kolben abziehen läßt. Dann setzt man 50 Teile Tetrabromphthalsäureanhydrid, 4 Teile wasserfreies Zinkchlorid und 100 Raumteile Trichlorbenzol zu und erhitzt das Ganze 3 Stunden auf 210°C. Dann läßt man 100 Raumteile Dimethylformamid zutropfen und hält noch 30 Minuten bei 170°C. Der gebildete gelbe Farbstoff wird bei 120°C abgesaugt, zunächst mit Dimethylformamid und dann mit heißem Alkohol gewaschen und getrocknet. Er hat die Zusammensetzung

Beispiel 4

48 Teile Tetrabromphthalsäureanhydrid und 18 Teile 8-Amino-chinaldin werden zusammen mit 200 Raumteilen Trichlorbenzol unter Rühren 3 Stunden auf 150°C erhitzt. Nach Zusatz von 30 Teilen Tetrachlorphthalsäureanhydrid und 4 Teilen wasserfreiem Zinkchlorid bringt man das Reaktionsgemisch auf 205 bis 210°C und hält es 5 Stunden bei dieser Temperatur. Im Verlauf einer halben Stunde gibt man 75 Raumteile Dimethylformamid hinzu, wobei die Innentemperatur auf 180°C absinkt. Nach Abkühlen auf 130°C wird das Umsetzungsprodukt abgesaugt, mit Dimethylformamid und Alkohol gewaschen und bei 100°C getrocknet. Der so erhaltene gelbe Farbstoff hat die Formel



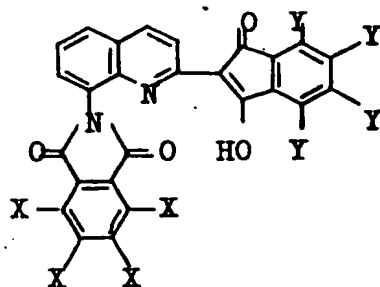
109883/1760

Beispiel 5

Man erhitzt die Mischung aus 16 Teilen 8-Aminochinaldin, 15 Teilen Tetrachlorphthalsäureanhydrid und 24 Teilen Tetrabromphthalsäureanhydrid auf 150°C und hält diese Temperatur 4 Stunden unter Rühren bei geöffnetem Kolben ein. Daraufhin werden nochmals 15 Teile Tetrachlorphthalsäureanhydrid und 24 Teile Tetrabromphthalsäureanhydrid sowie 5 Teile wasserfreies Zinkchlorid hinzugegeben. Der gesamte Ansatz wird auf 210 bis 220°C aufgeheizt und 4 Stunden in diesem Temperaturbereich gehalten. Das analog Beispiel 3 isolierte Reaktionsprodukt besteht aus einem Gemisch der in den Beispielen 1, 2, 3 und 4 beschriebenen Farbstoffe.

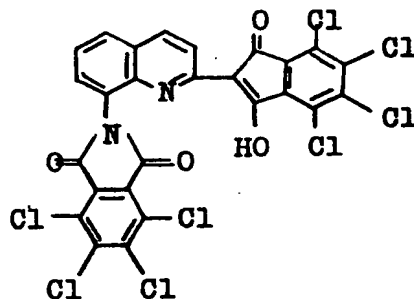
Patentansprüche

1. Gelbe Farbstoffe der Formel



in der X und Y ein Chlor- oder Bromatom bedeuten.

2. Der Farbstoff der Formel



3. Verfahren zur Herstellung von Farbstoffen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man 8-Aminochinaldin mit der doppelt molaren Menge Tetrachlorphthalsäureanhydrid oder Tetrabromphthalsäureanhydrid oder gleichzeitig oder nacheinander in beliebiger Reihenfolge mit molaren Mengen an Tetrachlorphthalsäureanhydrid und Tetrabromphthalsäureanhydrid, vorzugsweise in Gegenwart von Lösungs- oder Verdünnungsmitteln,

die unter den Umsetzungsbedingungen mit den Ausgangsstoffen nicht reagieren, und vorzugsweise in Gegenwart von Zinkchlorid, auf Temperaturen von 130 bis 300°C erhitzt.

4. Verwendung der Farbstoffe gemäß Anspruch 1 als Pigmentfarbstoffe.

Badische Anilin- & Soda-Fabrik AG

*Max*